

1-(1-DECALYL)-2-CYCLOHEXYLPROPANE AND PRODUCTION THEREOF

Rec'd PCT/PTO 15 OCT 2004

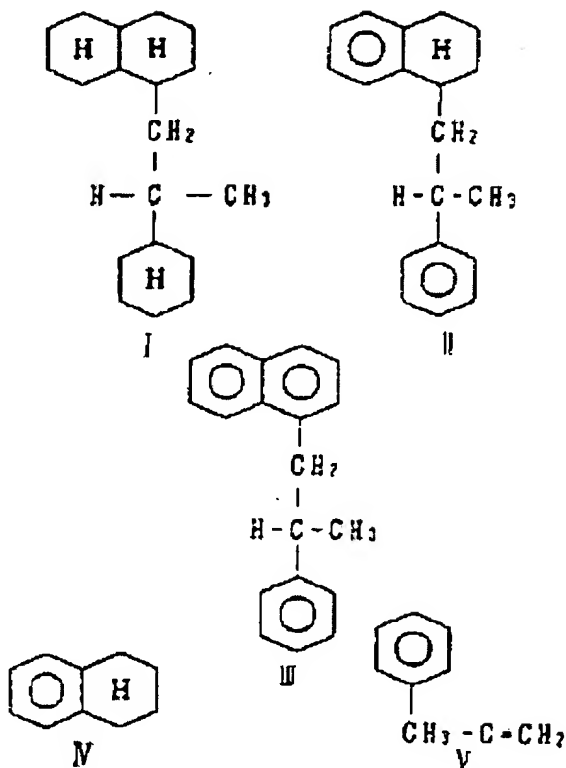
Patent number: JP62294628
Publication date: 1987-12-22
Inventor: MINOUE TOMIYASU; others: 02
Applicant: IDEMITSU KOSAN CO LTD
Classification:
- international: C07C13/50; C07C5/10
- european:
Application number: JP19860138133 19860616
Priority number(s):

Abstract of JP62294628

NEW MATERIAL: 1-(1-Decalyl)-2-cyclohexylpropane of formula I.

USE: Fluid for traction drive, synthetic lubricant oil, etc. It exhibits high traction coefficient over a broad temperature range extending from a low temperature to a high temperature. It has moderate viscosity and excellent oxidation stability, thermal stability, etc.

PREPARATION: The 1-(1-decalyl)-2-cyclohexylpropane of formula I can be produced by hydrogenating 1-(1-tetralyl)-2-phenylpropane of formula II or 1-(1-naphthyl)-2-phenylpropane of formula III. The starting compound of formula II is produced by reacting tetralin of formula IV with alpha-methylstyrene of formula V.



⑫ 公開特許公報(A)

昭62-294628

⑮ Int. Cl.⁴ 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和62年(1987)12月22日
C 07 C 13/50 6692-4H
5/10 6692-4H
// C 10 M 105/04 6692-4H
C 10 N 40:04 8217-4H
60:02
審査請求 未請求 発明の数 2 (全6頁)

⑭ 発明の名称 1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンおよびその製造方法

⑰ 特 願 昭61-138133

⑱ 出 願 昭61(1986)6月16日

⑲ 発 明 者 美 ノ 上 富 安 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1660番地
⑲ 発 明 者 清 水 延 晃 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1205番地139
⑲ 発 明 者 坪 内 俊 之 千葉県君津郡袖ヶ浦町上泉1660番地
⑲ 出 願 人 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
⑲ 代 理 人 弁理士 久保田 藤郎 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシル
プロパンおよびその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシル
プロパン。

(2) 1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロ
パンまたは1-(1-ナフチル)-2-フェニ
ルプロパンを水素化することを特徴とする1-
(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパン
の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はトラクシヨンドライブ用流体や合成潤
滑油等として有用な新規物質およびその製造方法
に関する。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする
問題点〕

一般に、トラクシヨンドライブ用の流体はトラ
クシヨンドライブ装置（ころがり接触による摩擦
駆動装置）、例えば自動車無段変速機、産業用無
段変速機、水圧機器などに用いられる流体であ
り、高いトラクシヨンの係数や熱および酸化に対
する安定性、経済性等が要求されている。

近年、トラクシヨンドライブ装置の小型軽量化
が、自動車用途を中心に研究されてきており、そ
れに伴ってこのトラクシヨンドライブ装置に用
いるトラクシヨンドライブ用流体にも、様々な苛
酷な条件下で使用に耐え得る性能、特に低温から
高温（-30～140℃程度）までの広い温度範囲に
わたって安定的に高性能（トラクシヨンの係数が
高いこと、粘度が低いこと、酸化安定性にすぐ
れることなど）を発揮しうることが要求されてい
る。

従来、上述の要求特性を満足させるべく種々の
化合物をトラクシヨンドライブ用流体として用
いることが提案されている（特公昭46-338号、同
46-339号など）が、いずれも十分に満足しうるも
のではなかった。例えば、高温で高いトラクシ

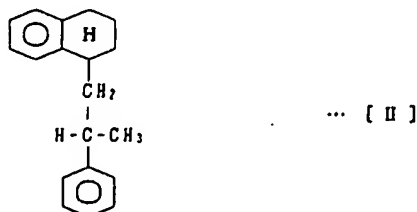
ン係数を示す化合物は、粘度が高いため攪拌によるエネルギーロスが大きいので伝達効率が低く、また低温始動性などの低温性能にも問題がある。一方、低粘度で低温性能に優れた化合物は、高温下でのトラクシオン係数が低く、また高温になると粘度が低下しすぎて、トラクシオン伝達装置の潤滑上のトラブルの原因となるなどの問題がある。したがって、これまでに上述の要求性能を十分に具備したものは提案されていない。

〔問題点を解決するための手段〕

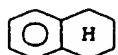
そこで本発明者らは上記従来技術の問題点を解消し、低温から高温まで広い温度範囲にわたって優れた性能を有するトラクシオンドライブ用流体を開発すべく鋭意研究を重ねた。その過程において、本発明者らは特定の新規化合物を見出し、しかもこの新規化合物が低温から高温まで高いトラクシオン係数を示すとともに適度な粘度を有していてトラクシオンドライブ用流体や合成潤滑油等として優れた化合物であることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成した。

とを特徴とする1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンの製造方法を提供するものである。

ここで1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロパンは、本発明者らによって開発された新規化合物であって、次の構造式〔Ⅱ〕

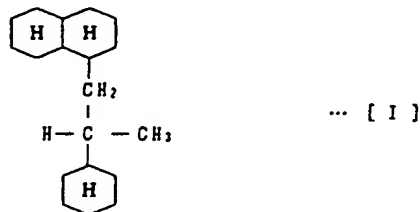


で表わされるものである。このものは、例えば構造式



で表わされるテトラリンと、構造式

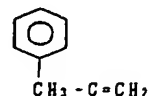
すなわち本発明は第1に1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンを提供するものである。この1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンは、本発明者らによって見出された新規化合物であり、次の構造式〔Ⅰ〕



で表わされるものである。

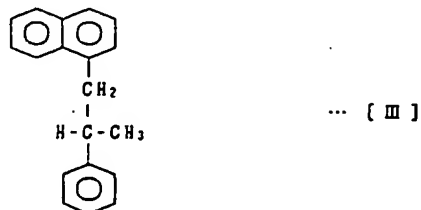
上記構造式〔Ⅰ〕で表わされる1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンは、様々な方法により製造することができるが、その好適な製造方法を提供するのが本発明の第2である。

すなわち本発明の第2は、1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロパンまたは1-(1-ナフチル)-2-フェニルプロパンを水素化すること



で表わされるα-メチルスチレンを、アルカリ金属および/またはアルカリ土類金属を含有する触媒の存在下に反応させることにより、製造することができる。

前記構造式〔Ⅰ〕で表わされる本発明の1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンは、上記構造式〔Ⅱ〕で表わされる1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロパンまたは次の構造式〔Ⅲ〕



で表わされる1-(1-ナフチル)-2-フェニル

ルプロパンを水素化することにより製造することができる。ここで水素化条件としては、要するに上記化合物を分解することなく完全に水素化することができればよく、特に制限はないが、具体的には水素化触媒としてパラジウム、白金、ニッケル、ルテニウムなどの金属を1種以上担持したものをを用い、水素ガスまたは水素含有ガスで接触還元すればよい。また、この際の温度は通常20～250℃、水素圧は常圧～150 kg/cm² Gである。

このようにして本発明の第1の1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンを得ることができる。

[発明の効果]

叙上の如くして得られる新規化合物1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンは、低温から高温まで広い温度範囲にわたって高いトラクション係数を示す。また、このものは低温から高温までの広い温度範囲にわたって、適度な粘度を有している。さらに、このものは酸化安定性、熱安定性等の性能も優れたものである。

後、更に1時間攪拌して反応を完結させた。室温まで冷却後、攪拌下にメタノール1ℓを滴下して未反応の金属ナトリウムを分解した。アルゴンガスの導入を停止し、反応混合物を1ℓの水で2回洗浄した後、1規定の塩酸水溶液1ℓで1回洗浄し、更に1ℓの水で2回洗浄した。油層を無水硫酸ナトリウムで乾燥し、減圧下に蒸留(165～168℃/0.2mmHg)して純度90%の1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロパン400g(1.8モル)を得た。なお、純度は水素炎イオン化検出器(FID)付ガスクロマトグラフで測定した。また、1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロパンの構造はガスクロマトグラフ付質量分析装置(GC-MS)、プロトン核磁気共鳴装置(¹H-NMR)および赤外分光光度計(IR)で決定した。

実施例1

電磁攪拌式1ℓステンレス鋼製オートクレーブに、上記製造例で得られた純度90%の1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロパン400g(1.6モル)および5重量%ルテニウム-カーボン触媒

したがって、本発明は様々な苛酷な条件下で使用されるトラクションドライブ用流体や合成潤滑油等として有効に用いることができる。なお、この場合必要に応じて鉱油、合成油や各種の添加剤を配合することができる。

[実施例]

次に本発明を実施例により説明する。

製造例 (1-(1-テトラリル)-2-フェニルプロパンの製造)

攪拌機、ガス導入管付き滴下ロート、塩化カルシウム管付き還流冷却器および温度計を備えた5ℓ容ガラス製4つ口フラスコに、ガス導入管を通じてアルゴンガスを導入しながらテトラリン1452g(11.0モル)、金属ナトリウム80g(3.5モル)およびプロモーターとしてカリウムパーボキシド44.8g(0.4モル)を入れ、油浴で125℃に加熱した。1時間、強攪拌をして金属ナトリウムを分散させた後、精製α-メチルスチレン708g(6モル)とテトラリン132g(1モル)の混合液を4時間かけて滴下し、滴下終了

(日本エンゲルハルド社製)20gを加え、水素圧50気圧、温度170℃の条件で4時間水素添加反応を行なった。反応後、濾過により触媒を除去した濾液および触媒に付着した液をシクロヘキサンで回収した液を合わせた後、ロータリーエバポレーターでシクロヘキサンを留去して純度90%の1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパン410gを得た。このものの性状を以下に示す。なお、この純度はFID付ガスクロマトグラフにより測定した。

① 屈折率	(n _D ²⁰)	1.5031
② 比重	(15/4℃)	0.9376
③ 動粘度		45.59 cSt (40℃)
		5.145 cSt (100℃)
④ 粘度指数		-22 (JIS K 2284に準拠)
⑤ 流動点		-30.0℃ (JIS K 2269に準拠)

実施例2

実施例1で得られた純度90%の1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンのトラクション係数を、40℃から140℃までの範囲で測定

した結果を第1図に示す。

なお、トラクシオン係数の測定は、2円筒型摩擦試験機にて行なった。すなわち、接している同じサイズの円筒（直径52mm、厚さ6mmで被駆動側は曲率半径10mmのタイコ型、駆動側はクラウニング無しのフラット型）の一方を一定速度（1500rpm）で、他方を1500rpmから1750rpmまで連続的に回転させ、両円筒の接触部分にバネにより7kgの荷重を与え、両円筒間に発生する接線力、即ちトラクシオン力を測定し、トラクシオン係数を求めた。この円筒は軸受鋼SUJ-2鏡面仕上げでできており、最大ヘルツ接触圧は112kgf/mm²であった。

また、トラクシオン係数と油温との関係の測定にあたっては、油タンクをヒーターで加熱することにより、油温を40℃から140℃まで変化させ、すべり率5%におけるトラクシオン係数と油温との関係をプロットしたものである。

比較例1

攪拌機、ガス導入管付き滴下ロート、塩化カル

シウム管付き逆流冷却器および温度計を備えた5ℓ容のガラス製フラスコに、ガス導入管を通じてアルゴンガスを導入しながらテトラリン1452g（11.0モル）、金属ナトリウム80g（3.5モル）およびプロモーターとして水酸化カリウム97g（1.7モル）を加え、135℃に加熱した。攪拌下に精製スチレン418g（4.0モル）およびテトラリン132g（1.0モル）の混合液を135～140℃の温度に維持しながら3時間かけて滴下した。滴下終了後、1時間加熱攪拌を続けた後、室温まで冷却した。攪拌下にメタノールを少量ずつ滴下して過剰の金属ナトリウムを分解した後、飽和食塩水および1規定塩酸水溶液で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥させた。乾燥剤を濾別して母液の減圧蒸留を行ない、沸点138～145℃/0.2mmHg留分400gを得た。

この留分を分析したところ1-(1-テトラリル)-2-フェニルエタンであることが確認された。この留分400gを1ℓ容のオートクレープに入れた後、15gの5重量ルテニウム-カーボン触

媒（日本エンゲルハルド社製）を加え、水素圧50kg/cm²G、反応温度170℃で4時間水素化を行なった。冷却後、触媒を濾過し、軽質分をストリップングして分析したところ、水素化率99.9%以上であり、このものは1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルエタンであった。このものの性状を以下に示す。また、このもののトラクシオン係数と温度との関係を第1図に示す。

- ① 屈折率 (n_D^{20}) 1.5011
- ② 比重 (15/4℃) 0.9338
- ③ 動粘度 27.48 cSt (40℃)
4.204 cSt (100℃)
- ④ 流動点 -35℃ (JIS K 2269に準拠)

第1図より、本発明化合物は、分子構造が比較例1の化合物に非常に類似しているにもかかわらず、優れたトラクシオン係数を有していることが判る。

実施例3

実施例1で得られた純度90%の1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパン300mgを高

速液体クロマトグラフ（日本ウォーターズ製）により精製し、純度99%以上の1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパン210mgを得た。なお、この純度はFID 付ガスクロマトグラフで測定した。また構造は、ガスクロマトグラフ付質量分析装置(GC-MS)、プロトン核磁気共鳴装置(1H-NMR)および赤外分光光度計(IR)で決定した。分析結果を以下に示す。

- ① 元素分析 C₁₉H₃₄
計算値(%) C: 87.0 H: 13.0
実測値(%) C: 87.1 H: 12.9
- ② 赤外線吸収スペクトル（日本分光製、A-3型）

第2図に示すとおり

- ③ プロトン核磁気共鳴スペクトル（日本電子製、核磁気共鳴装置 GX-270）

第3図に示すとおり

- ④ 屈折率 (n_D^{20}) 1.5016

4. 図面の簡単な説明

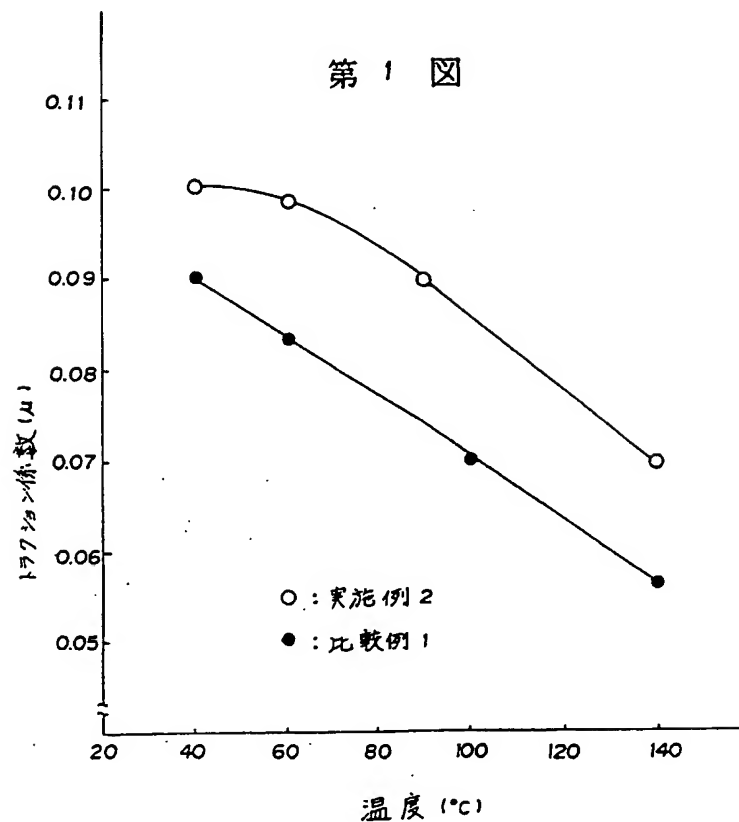
第1図は本発明の実施例2と比較例1における

流体のトラクシオン係数と温度との関係を示すグラフであり、第2図は本発明の実施例3で得られた1-(1-デカリル)-2-シクロヘキシルプロパンの赤外線吸収スペクトルであり、第3図はそのプロトン核磁気共鳴スペクトルである。

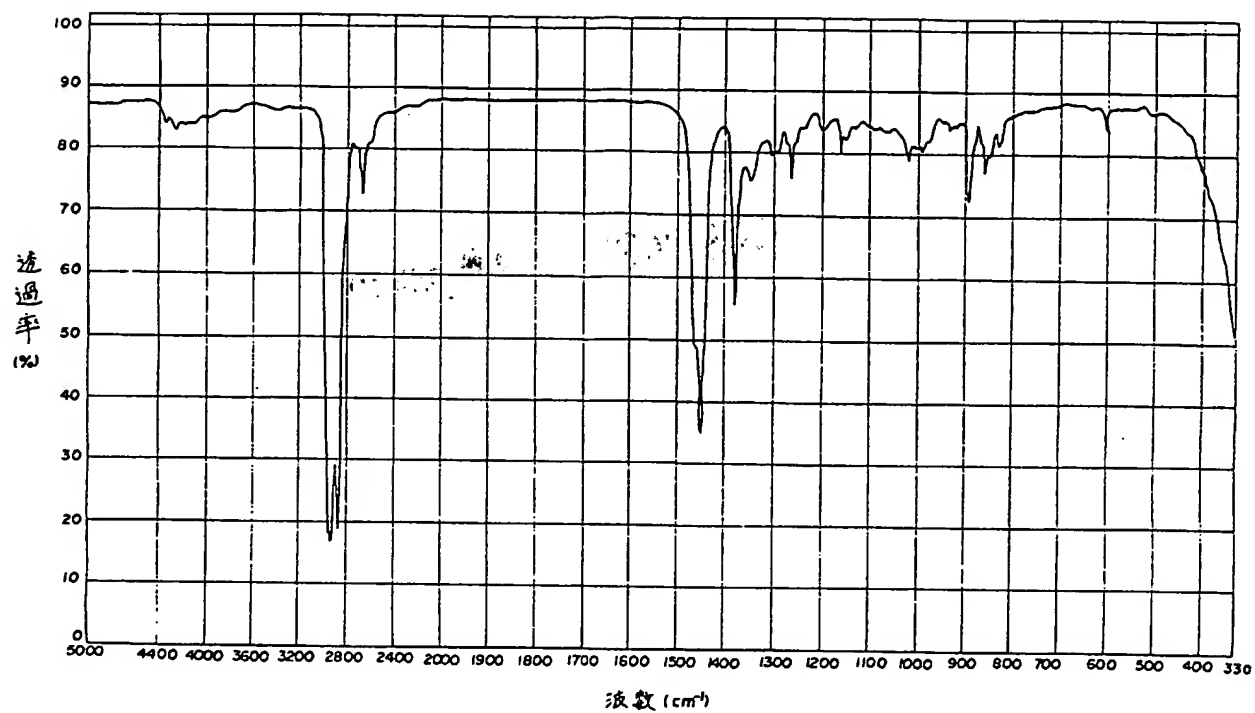
特許出願人 出光興産株式会社

代理人 弁理士 久保田 藤 郎

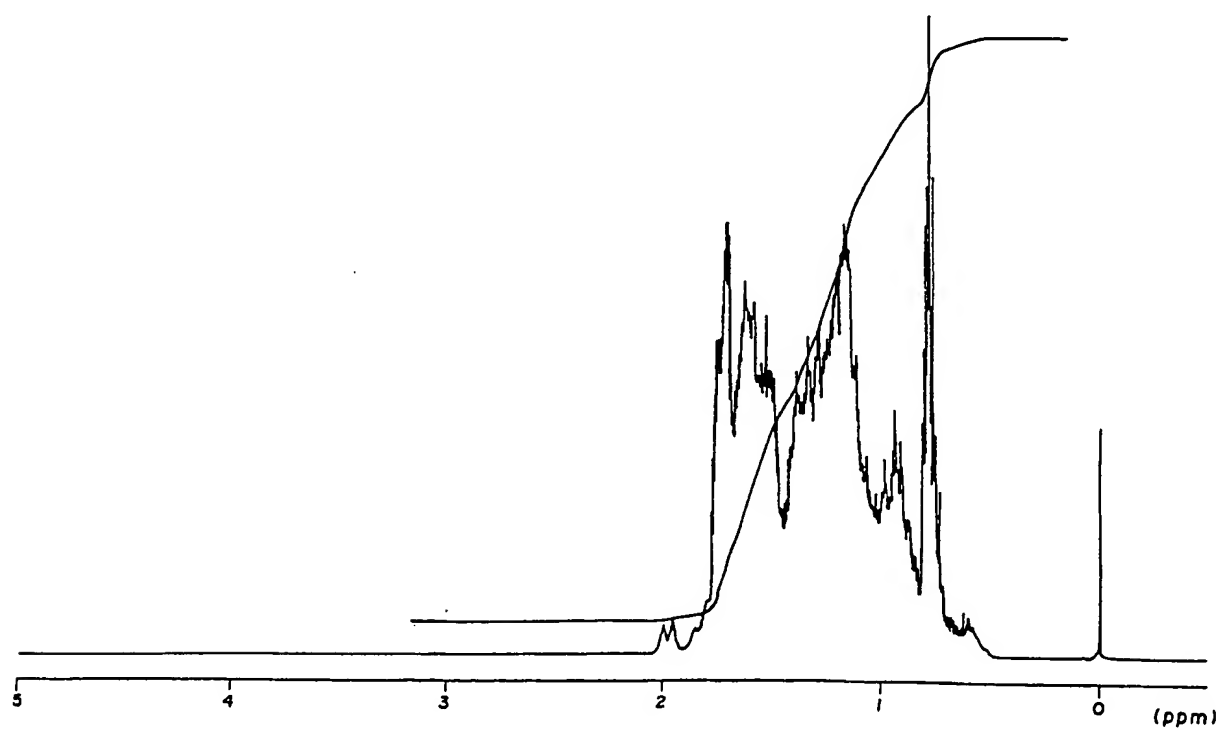
同 大 谷 保



第 2 図



第 3 図



THIS PAGE BLANK (USPTO)